



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109183396 A

(43)申请公布日 2019.01.11

(21)申请号 201811338077.4

(22)申请日 2018.11.09

(71)申请人 天津工业大学

地址 300387 天津市西青区宾水西道399号

(72)发明人 董永春 孙璇 刘春燕

(51)Int.Cl.

D06M 11/74(2006.01)

D06M 11/38(2006.01)

D06M 101/32(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54)发明名称

一种提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法

(57)摘要

本发明涉及一种提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法,其特征在于首先使用一定浓度的氢氧化钠溶液对涤纶织物表面进行碱减量处理,强碱作用使得涤纶大分子表面酯基断裂,增加了涤纶纤维表面的粗糙度及亲水性,然后再通过常规后整理工艺将氧化石墨烯整理于涤纶织物表面,最后通过特定的还原反应使石墨烯牢固地负载于涤纶织物表面。使用本发明所述工艺制备的石墨烯负载涤纶织物表面呈浅黑至深黑色,其颜色色相和深度可通过改变涤纶织物的减量率进行有效调控,且负载牢度优良,负载工艺相对简单,易于操作,成本低廉,效果显著,极大地提高了传统纺织品的应用领域和开发价值。

1. 一种提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法,采用如下工艺:

1) 涤纶纤维的碱减量处理

首先配制氢氧化钠的乙醇水溶液,其中氢氧化钠的浓度为10至100克/升,乙醇水溶液的质量分数为10%至30%。然后将该溶液置于恒温水浴锅中升温至80℃至95℃,按照1:50的浴比加入涤纶织物后进行机械搅拌,反应0分钟至20分钟后取出织物,最后将其充分水洗后用蒸馏水洗3次并于40℃至55℃烘干,将得到的碱处理涤纶织物置于干燥器中6小时至12小时,使用减重法计算其减量率;

2) 氧化石墨烯水分散液的配制

首先将氧化石墨烯粉体置于蒸馏水中配制质量分数为0.1%至0.5%的水溶液,然后将其置于室温条件下使用磁力搅拌器搅拌处理5分钟至10分钟,最后使用超声波细胞破碎机超声处理10分钟至20分钟使氧化石墨烯粉体均匀地分散在水中,即制得棕黄色的氧化石墨烯水分散液;

3) 涤纶织物表面负载氧化石墨烯

在室温条件下将涤纶织物按照1:50的浴比浸渍于氧化石墨烯水分散液中10分钟至30分钟,然后将涤纶织物取出后使用轧车对其进行处理以去除多余水分,最后将浸轧处理后的涤纶织物在55℃至65℃烘干,这个过程重复4至8次以提高氧化石墨烯在涤纶织物表面的负载量;

4) 氧化石墨烯整理涤纶织物的还原

首先将氧化石墨烯负载涤纶织物按照1:50的浴比置于质量分数为1至5%保险粉水溶液中,然后使用红外染色机在100℃对其搅拌处理10分钟至20分钟,将还原处理后的氧化石墨烯整理涤纶织物放入60℃至70℃的热水中水洗10分钟至30分钟,最后使用蒸馏水水洗3次即得到的石墨烯负载改性涤纶织物,并分别使用白度仪和数字万用表测定其亨特白度和表面电阻。

一种提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及纤维复合材料制备技术,具体为一种提高石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法。

背景技术

[0002] 石墨烯(Graphene)是近年来出现的一种新型二维碳纳米材料,其具有由碳原子以 sp^2 杂化轨道组成的六角型蜂巢晶格结构,独特的物理结构赋予了石墨烯众多优异的化学性能以及特殊的功能,使其成为当今最具颠覆性的高科技新型纳米材料之一。除了在电子、化工、医学、建筑以及复合材料领域大量广泛应用外,近年来石墨烯在纺织品加工领域也得到快速发展。目前的研究表明石墨烯负载纺织品多以棉和涤纶织物等为主要载体,多通过浸渍、浸轧和涂层法后整理工艺对织物进行整理以得到石墨烯负载织物。棉织物具有良好的吸水性,对氧化石墨烯具有较好的吸附性能,这使得石墨烯对棉织物的整理易于进行。涤纶纤维基本组成成分是聚对苯二甲酸乙二醇酯,具有很高的结晶度和取向度,这使其呈现明显的疏水性,其吸湿性很低,在水中很少溶胀,在玻璃化温度以下很少上染,使用后整理工艺将石墨烯整理到涤纶织物表面较为困难。因此使用粘合剂[Molina J,Fernández J,Fernandes M,et al.Plasma treatment of polyester fabrics to increase the adhesion of reduced graphene oxide[J].Synthetic Metals,2015,202(9):110至122.]或聚吡咯[Berendjchi A,Khajavi R,Yousefi A A,et al.Improved continuity of reduced graphene oxide on polyester fabric by use of polypyrrole to achieve a highly electroconductive and flexible substrate[J].Applied Surface Science,2016,363:264至272.]等将石墨烯粉末粘合在涤纶织物表面,这些技术方法成本较高且工艺复杂,所使用的化学品会对环境造成污染,这与我国绿色发展的理念相悖。在所述情况下,亟需一种工艺简单、成本低廉且能够提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法。因此本发明的目的就是提供一种操作简单、成本相对较低且能够提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法。

发明内容

[0003] 针对现有技术的不足,本发明拟解决的技术问题是:提供一种提高石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法如下:

[0004] (1) 涤纶纤维的碱减量处理

[0005] 首先配制氢氧化钠的乙醇水溶液,其中氢氧化钠的浓度为10至100克/升,乙醇水溶液的质量分数为10至30%。然后将该溶液置于恒温水浴锅中升温至80至95℃按照1:50的浴比加入涤纶织物后进行机械搅拌,反应0至20分钟后取出织物,最后将其充分水洗后用蒸馏水洗涤3次并于40至55℃烘干,将得到的碱处理涤纶织物置于干燥器中6至12小时,使用减重法计算其减量率;

[0006] (2) 氧化石墨烯水分散液的配制

[0007] 首先将氧化石墨烯粉体置于蒸馏水中配制质量分数为0.1至0.5%的水溶液,然后将其置于室温条件下使用磁力搅拌器搅拌处理5至10分钟,最后使用超声波细胞破碎机超声处理10至20分钟使氧化石墨烯粉体均匀地分散在水中,即制得棕黄色的氧化石墨烯水分散液;

[0008] (3) 涤纶织物表面负载氧化石墨烯

[0009] 在室温条件下将涤纶织物按照1:50的浴比浸渍于氧化石墨烯水分散液中10至30分钟,然后将涤纶织物取出后使用轧车对其进行处理以去除多余水分,最后将浸轧处理后的涤纶织物在55至65℃烘干,这个过程重复4至8次以提高氧化石墨烯在涤纶织物表面的负载量;

[0010] (4) 氧化石墨烯整理涤纶织物的还原

[0011] 首先将氧化石墨烯负载涤纶织物按照1:50的浴比置于质量分数为1.0至5.0%保险粉水溶液中,然后使用红外染色机在100℃对其搅拌处理10至20分钟,将还原处理后的氧化石墨烯整理涤纶织物放入60至70℃的热水中水洗10至30分钟,最后使用蒸馏水水洗3次即得到的石墨烯负载改性涤纶织物,并分别使用白度仪和数字万用表测定其亨特白度和表面电阻。

[0012] 该方法的技术特征在于该负载方法首先使用氢氧化钠溶液对涤纶织物表面进行表面改性处理,氢氧化钠对涤纶大分子表面酯基的攻击增加了涤纶纤维表面的粗糙度及亲水性,然后再通过基于工业化染色机和轧车将氧化石墨烯施加于涤纶织物表面,最后通过特定的还原反应使石墨烯牢固地负载于涤纶织物表面。使用本发明所述工艺制备的石墨烯负载涤纶织物表面呈浅黑至深黑色,其颜色色相和深度可通过改变涤纶织物的减量率进行有效调控,且负载牢度优良,负载工艺相对简单,易于操作,成本低廉,效果显著,极大地提高了传统纺织品的应用领域和开发价值。

附图说明

[0013] 图1为本发明实施例1至4中石墨烯负载改性涤纶织物的SEM图。

[0014] 图2为本发明实施例1至4中碱减量处理时间对改性涤纶织物减量率的影响。

[0015] 图3为本发明实施例1至4中减量率对石墨烯负载改性涤纶织物的亨特白度与表面电阻的影响。

[0016] 图4为本发明实施例1和5至8中氢氧化钠浓度对改性涤纶织物减量率的影响。

[0017] 图5为本发明实施例1和5至8中减量率对石墨烯负载改性涤纶织物的亨特白度与表面电阻的影响。

具体实施方式

[0018] 下面结合实施例及其附图进一步详细叙述本发明:

[0019] 本发明设计的一种提升石墨烯在涤纶织物表面负载量的方法由涤纶织物的碱减量处理、氧化石墨烯水分散液的配制、涤纶织物表面负载氧化石墨烯和氧化石墨烯整理涤纶织物的还原四个步骤构成。其中氧化石墨烯为棕黑色粉末,其成品表面呈黑色,色相和深度可控,负载牢度优良,工艺简单,易于操作,成本低廉,具有良好的导电性能。

[0020] 本发明实施例中所述减量率是在恒温恒湿条件下测定的,计算改性涤纶织物减量

率(W%)：

$$[0021] \quad W \% = \frac{m_0 - m}{m_0} \times 100\%$$

[0022] 式中 m_0 和 m 分别为纤维在碱减量处理前后的质量(g)。

[0023] 下面介绍本发明的具体实施例,但本发明权利要求不受这些具体实施例的限制。

[0024] 实施例1

[0025] 1. 涤纶织物的碱减量处理

[0026] 首先配制氢氧化钠的乙醇水溶液,其中氢氧化钠的浓度为100克/升,乙醇水溶液的质量分数为20%。然后将该溶液置于恒温水浴锅中升温至85℃,按照1:50的浴比加入涤纶织物后进行机械搅拌,反应20分钟后取出织物,最后将其充分水洗后用蒸馏水洗涤3次并于45℃烘干,将得到的碱处理涤纶织物置于干燥器中6至12小时,使用减重法计算其减量率;

[0027] 2. 氧化石墨烯水分散液的配制

[0028] 将0.50克氧化石墨烯粉体和199.5克蒸馏水置于烧杯中,在室温条件下使用磁力搅拌器搅拌处理5分钟,然后使用超声波细胞破碎机超声处理15分钟使氧化石墨烯粉体均匀地分散在水中,即制得棕黄色的氧化石墨烯水分散液;

[0029] 3. 涤纶织物表面负载氧化石墨烯

[0030] 将1.0克改性涤纶织物和50毫升的氧化石墨烯水分散液在常温条件下置于烧杯中浸渍20分钟,取出后使用轧车对浸渍后的样品进行处理以去除多余水分并在60℃烘干。这个过程重复4次以提高氧化石墨烯在涤纶织物表面的负载量;

[0031] 4. 氧化石墨烯整理涤纶织物的还原

[0032] 首先将1.0克氧化石墨烯负载涤纶织物和50毫升质量分数3.0%的保险粉水溶液置于红外线染色机中,然后在100℃搅拌处理15分钟,将还原处理后的氧化石墨烯整理的涤纶织物放入70℃热水中水洗30分钟,最后使用蒸馏水水洗3次即得到的石墨烯负载涤纶织物,并分别使用白度仪和数字万用表测定其亨特白度和表面电阻。

[0033] 实施例2

[0034] 1. 所述涤纶织物在氢氧化钠溶液中的反应时间为15分钟,其余与实施例1中的第1步工艺相同;

[0035] 2. 与实施例1的步骤2相同;

[0036] 3. 与实施例1的步骤3相同;

[0037] 4. 与实施例1的步骤4相同;

[0038] 实施例3

[0039] 1. 所述涤纶织物在氢氧化钠溶液中的反应时间为10分钟,其余与实施例1中的第1步工艺相同;

[0040] 2. 与实施例1的步骤2相同;

[0041] 3. 与实施例1的步骤3相同;

[0042] 4. 与实施例1的步骤4相同;

[0043] 实施例4

[0044] 1. 所述涤纶织物在氢氧化钠溶液中的反应时间为5分钟,其余与实施例1中的第1

步工艺相同；

[0045] 2.与实施例1的步骤2相同；

[0046] 3.与实施例1的步骤3相同；

[0047] 4.与实施例1的步骤4相同；

[0048] 实施例5

[0049] 1.所述氢氧化钠的浓度为75克/升,其余与实施例1中的第1步工艺相同；

[0050] 2.与实施例1的步骤2相同；

[0051] 3.与实施例1的步骤3相同；

[0052] 4.与实施例1的步骤4相同。

[0053] 实施例6

[0054] 1.所述氢氧化钠的浓度为50克/升,其余与实施例1中的第1步工艺相同；

[0055] 2.与实施例1的步骤2相同；

[0056] 3.与实施例1的步骤3相同；

[0057] 4.与实施例1的步骤4相同。

[0058] 实施例7

[0059] 1.所述氢氧化钠的浓度为20克/升,其余与实施例1中的第1步工艺相同；

[0060] 2.与实施例1的步骤2相同；

[0061] 3.与实施例1的步骤3相同；

[0062] 4.与实施例1的步骤4相同。

[0063] 实施例8

[0064] 1.所述氢氧化钠的浓度为10克/升,其余与实施例1中的第1步工艺相同；

[0065] 2.与实施例1的步骤2相同；

[0066] 3.与实施例1的步骤3相同；

[0067] 4.与实施例1的步骤4相同；

[0068] 以上实施例仅用于说明本发明的技术方案,而非对其进行限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,但是对于本领域的普通技术人员来说,依然可以对前述实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明所要求保护的技术方案的精神和范围。

[0069] 图1显示,在未负载之前涤纶纤维呈现出较为光滑平坦的表面。负载氧化石墨烯并经还原处理后涤纶纤维被卷曲层状的石墨烯所覆盖,并且这种现象随着涤纶织物减量率的提高而变得更加明显。图2显示,随着碱减量时间的增加,涤纶织物的减量率逐渐升高,涤纶织物的亲水性增强。图3显示,不同碱处理时间的改性涤纶织物在负载石墨烯后均有一定的亨特白度与表面电阻,且随着减量率的提高,其亨特白度和表面电阻均逐渐降低。说明减量率的提高有利于氧化石墨烯与纤维的吸附作用,使得更多的石墨烯负载于涤纶织物的表面,且石墨烯在涤纶织物表面形成了连续薄层,并赋予其优良的导电性。图4显示,随着氢氧化钠浓度的升高,涤纶的减量率逐渐升高,涤纶织物的亲水性增强。图5显示,经不同氢氧化钠浓度碱减量处理的改性涤纶织物在负载石墨烯后均有一定的亨特白度与表面电阻,且随着减量率的提高,其亨特白度和表面电阻均逐渐降低。说明减量率的提高有利于氧化石墨烯与纤维的吸附作用,使得更多的石墨烯负载于涤纶织物的表面,且石墨烯在涤纶织物表

面形成了连续薄层,并赋予其优良的导电性。

[0070] 综上所述,使用本发明所述的技术方法能够显著提升石墨烯在改性涤纶织物表面的负载量,并且其表面电阻也明显降低,这对于制备导电性能更为优良的涤纶织物具有指导意义。此外,石墨烯在涤纶织物表面的负载量可以通过改变涤纶织物的减量率有效调控,且石墨烯在改性涤纶织物表面负载牢度良好,负载工艺相对简单,易于操作,成本低廉,效果显著,极大地提高了传统纺织品的应用领域和开发价值。

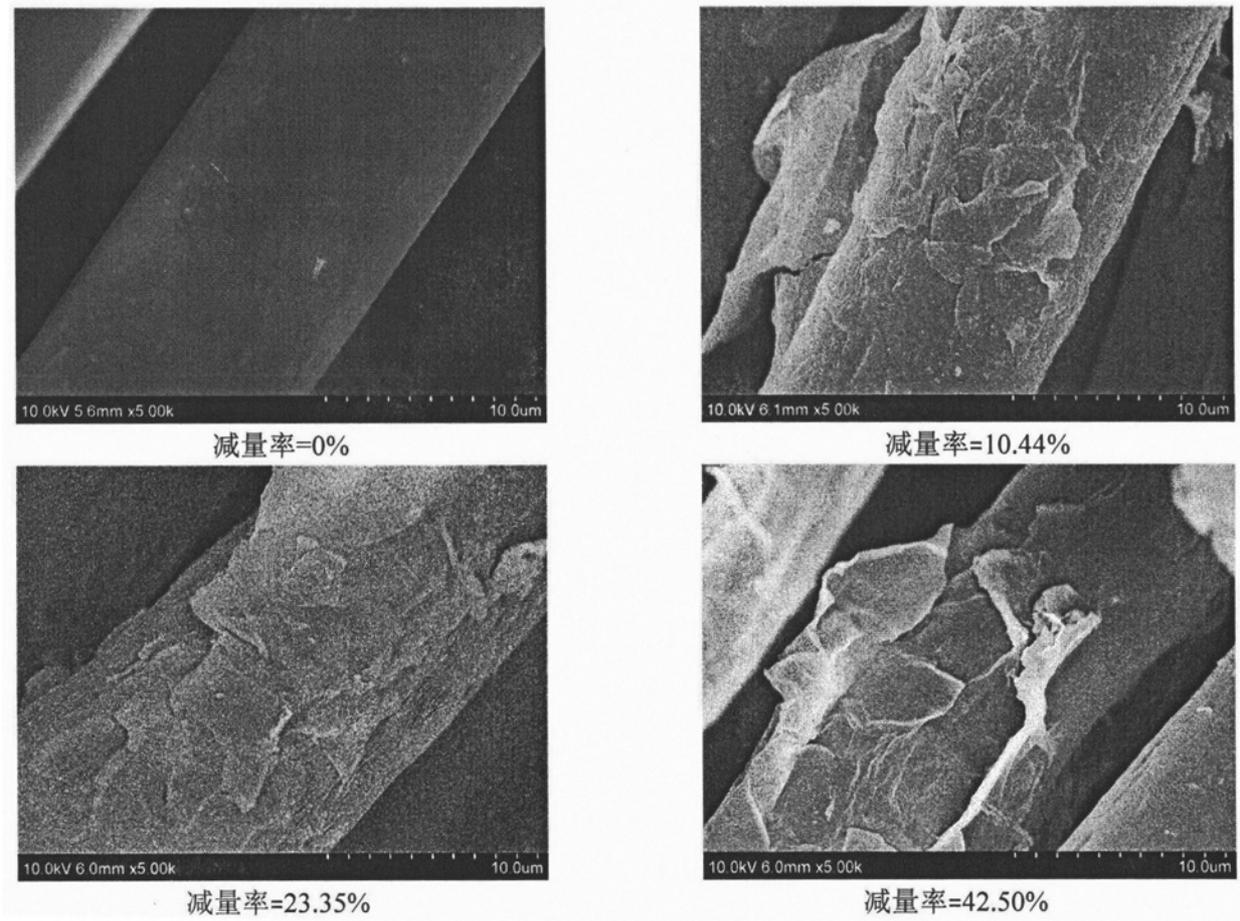


图1

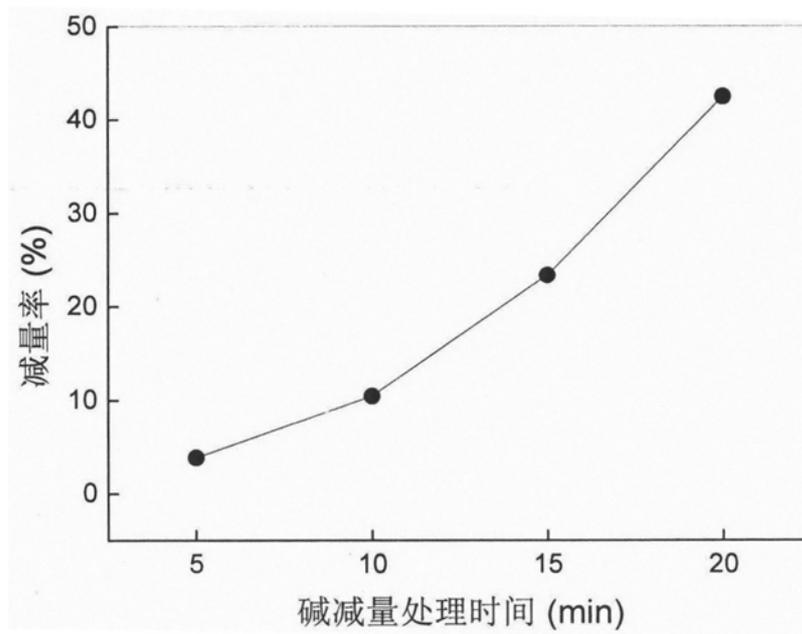


图2

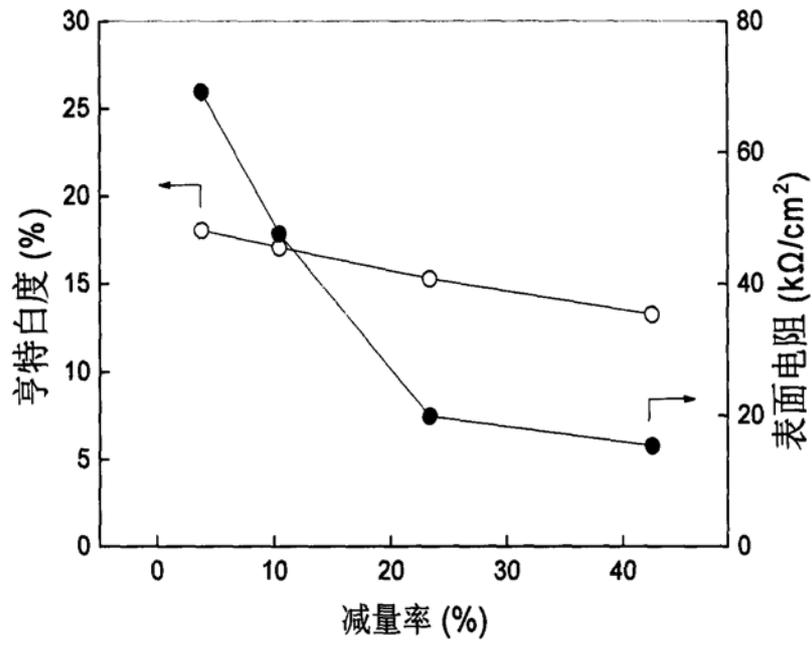


图3

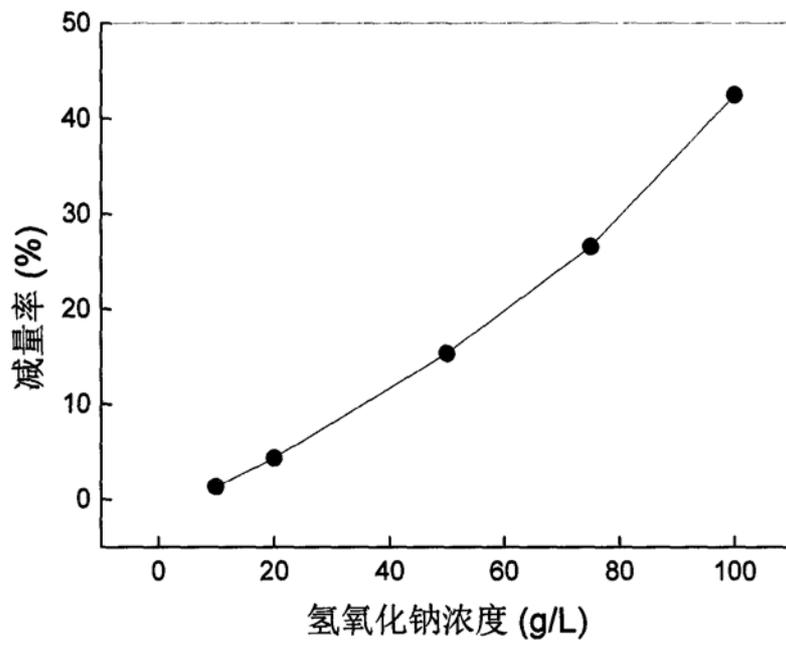


图4

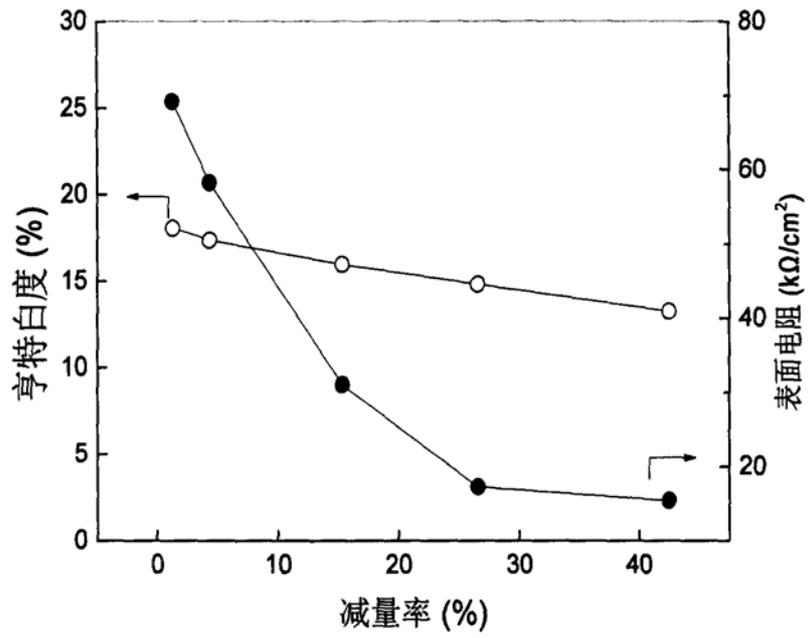


图5